

**PATENT**

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re application of

Tadaaki OIKAWA et al.

Serial No.: 10/743,654

Filed: December 22, 2003



Group Art Unit:

Examiner:

For: PERPENDICULAR MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND METHOD FOR  
MANUFACTURING THE SAME

**Certificate of Mailing**

I hereby certify that this paper is being deposited with the  
United States Postal Service as first class mail in an  
envelope addressed to: Commissioner for Patents, P.O.  
Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on:

Date: 03/11/04

By: [Signature]

Marc A. Rossi

**CLAIM FOR PRIORITY**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the  
following country is hereby requested for the above-identified application and the priority  
provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed:

JAPAN 2002 - 370559      December 20, 2002

In support of this claim, a certified copy of said original foreign application is filed  
herewith. It is requested that the file of this application be marked to indicate that the  
requirements of 35 U.S.C. 119 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office  
kindly acknowledge receipt of this document.

Respectfully submitted,

[Signature]

Marc A. Rossi  
Registration No. 31,923

03/11/04  
Date

Attorney Docket: FUJI:284

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 2 年 1 2 月 2 0 日  
Date of Application:

出 願 番 号                      特 願 2 0 0 2 - 3 7 0 5 5 9  
Application Number:

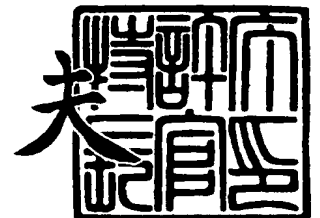
[ST. 10/C] :                      [ J P 2 0 0 2 - 3 7 0 5 5 9 ]

出 願 人                      富 士 電 機 デ バ イ ス テ ク ノ ロ ジ ー 株 式 有 限 公 司  
Applicant(s):

2 0 0 4 年    2 月    2 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号    出証特 2 0 0 3 - 3 0 9 7 4 0 0

【書類名】 特許願

【整理番号】 02P01546

【提出日】 平成14年12月20日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G11B 5/65  
G11B 5/84

【発明の名称】 垂直磁気記録媒体およびその製造方法

【請求項の数】 14

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式会社内

【氏名】 及川 忠昭

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式会社内

【氏名】 上住 洋之

【発明者】

【住所又は居所】 宮城県名取市相互台 1 - 7 - 1 2

【氏名】 島津 武仁

【発明者】

【住所又は居所】 宮城県仙台市太白区郡山 6 - 5 - 7 - 5 0 2

【氏名】 村岡 裕明

【発明者】

【住所又は居所】 宮城県仙台市泉区将監 1 - 2 - 2

【氏名】 中村 慶久

【特許出願人】

【識別番号】 000005234

【氏名又は名称】 富士電機株式会社

## 【代理人】

【識別番号】 100077481

【弁理士】

【氏名又は名称】 谷 義一

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100088915

【弁理士】

【氏名又は名称】 阿部 和夫

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013424

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9707403

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 垂直磁気記録媒体およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性基体上に少なくとも非磁性下地層、磁気記録層、保護膜、液体潤滑層が順次形成されてなる垂直磁気記録媒体において、前記磁気記録層が、0.1 nm以上0.3 nm以下の膜厚のFeまたはCoと、0.2 nm以上0.35 nm以下の膜厚のPtとを交互に積層することにより形成されており、L10型規則構造である領域を含むFePtまたはCoPtを主体とする合金からなることを特徴とする垂直磁気記録媒体。

【請求項2】 前記磁気記録層の膜厚が3 nm以上15 nm以下であることを特徴とする請求項1に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項3】 前記磁気記録層中のL10型規則構造である領域の(001)結晶格子面が、前記磁気記録層の膜面と平行に形成されていることを特徴とする請求項1に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項4】 前記非磁性下地層が、fcc構造を有するAg、Al、Au、Cu、Ir、Ni、PtおよびPdからなる群から選択される少なくとも1種を含む金属または合金、もしくはbcc構造を有するCrまたはCr合金からなることを特徴とする請求項1に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項5】 前記非磁性下地層が5 nm以上50 nm以下の膜厚を有することを特徴とする請求項1に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項6】 前記非磁性基体と前記非磁性下地層の間に非磁性シード層をさらに含み、かつ前記非磁性シード層がNaCl型構造を有するMgO、NiO、TiO、またはTiの炭化物もしくは窒化物であり、かつその優先結晶配向面が(100)面であることを特徴とする請求項1に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項7】 前記非磁性シード層が3 nm以上15 nm以下の膜厚を有することを特徴とする請求項6に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項8】 前記非磁性基体が、Al基板、表面酸化Siウエハ、熔融石英基体、ガラス基体、およびプラスチック樹脂基体から成る群から選択されることを特徴とする請求項1に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項 9】 前記磁気記録層の垂直磁気異方性エネルギー値  $K_u$  が、 $7 \times 10^5 \text{ J/m}^3$  以上  $7 \times 10^6 \text{ J/m}^3$  以下であることを特徴とする、請求項 1 に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項 10】 前記磁気記録層は DC マグネトロンスパッタリング法により形成されていることを特徴とする請求項 1 に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項 11】 非磁性基体上に非磁性下地層を設ける工程と  
前記非磁性下地層の上に、 $0.1 \text{ nm}$  以上  $0.3 \text{ nm}$  以下の膜厚の Fe または Co と、 $0.2 \text{ nm}$  以上  $0.35 \text{ nm}$  以下の膜厚の Pt とを交互に積層して、L10 型規則構造である領域を含む FePt または CoPt を主体とする合金からなる磁気記録層を形成する工程と、  
前記磁気記録層上に保護膜を設ける工程と、  
前記保護膜上に液体潤滑層を設ける工程と  
を具えたことを特徴とする垂直磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 12】 前記磁気記録層を、DC マグネトロンスパッタリング法にて形成することを特徴とする請求項 11 に記載の垂直磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 13】 前記磁気記録層の形成後に、 $400^\circ\text{C}$  以下の温度条件で加熱処理を行う工程をさらに具えたことを特徴とする請求項 11 に記載の垂直磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 14】 前記磁気記録層を形成する工程において、前記非磁性基体の温度が  $400^\circ\text{C}$  以下であることを特徴とする請求項 11 に記載の垂直磁気記録媒体の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

##### 【発明の属する技術分野】

本発明は、コンピュータの外部記録装置をはじめとする各種磁気記録装置に搭載される垂直磁気記録媒体およびその製造方法に関するものである。

##### 【0002】

##### 【従来の技術】

磁気記録媒体の記録密度は、驚異的な伸びで増加しており、この流れが弱まる

傾向は見えない。従来の長手記録方式では、記録密度の増加に必要な磁性粒子の微細化および磁性層膜厚の薄膜化に伴う磁化の熱擾乱が問題となり、記録密度に限界があると考えられている。近年は、その問題点を解決する為に、垂直磁気記録媒体の研究が急速に進んでいる。しかし、これら垂直磁気記録媒体においても、さらなる高密度化のためには低ノイズ化および熱安定性の向上が不可欠である。そのためには垂直磁気異方性エネルギー  $K_u$  を大きくする必要がある。加えて記録層膜厚の薄膜化も必要不可欠となることから、薄い記録層膜厚でも高垂直磁気異方性エネルギー  $K_u$  を有する材料の選択が重要となってくる。

#### 【 0 0 0 3 】

従来の  $\text{CoCr}$  を主体とする合金薄膜において、特に磁性粒子粒界に酸化物等の非磁性物質を析出させたグラニュー合金では、磁性粒子間が非磁性物質の介在によりほぼ完全に磁氣的に絶縁されている。該合金においては、磁氣的に絶縁された個々の粒子が最小の磁化単位となり、粗大クラスターの形成を抑制することで顕著なノイズ低減の効果が確認されている。

#### 【 0 0 0 4 】

しかし、上述のグラニュー型媒体では極微小な粒子が非磁性物質により、ほぼ完全に孤立化されていることから、磁性粒子の体積が極端に小さくなり、磁気異方性エネルギーの大きさが熱エネルギーの大きさに近いものとなる。磁気異方性エネルギーと熱エネルギーとの大きさが同程度になった場合を考えると、熱擾乱によりスピンの向きは常に揺らいだものとなり、もはや記録状態を安定に保つことができなくなる。このために、グラニュー合金を用いる媒体では記録情報の熱安定性や長期保存性が問題となり、その実用化は困難視されている。

#### 【 0 0 0 5 】

こうした問題を解決するには、本質的に磁性体の磁気異方性エネルギーを高める必要があり、その方法として  $\text{CoPt}$  や  $\text{FePt}$  などの  $\text{L10}$  型 ( $\text{CuAu}$  型) 構造の高い結晶磁気異方性を有する規則合金を用いる検討が行われている。しかし、これら材料は準安定相として不規則  $\text{fcc}$  構造を有し、たとえば  $\text{FePt}$  の場合には約  $600^\circ\text{C}$  以上の加熱処理によって規則化を行って  $\text{L10}$  型規則構造を形成することが必要である。特に、記録の高密度化に対応して磁気記録層の膜

厚を減少させる場合に、膜厚の減少に伴って合金の結晶性が低下するので、この規則化工程が重要である。この高温加熱処理プロセスは、量産には向かないということと、高温で熱処理を施す過程で結晶粒の粗大化により粒間相互作用が増大することという問題があり、規則化温度の低減が重要な課題である。

#### 【0 0 0 6】

現在、このような規則化合金薄膜の規則化温度の低温化に関して、N a C l 型結晶構造もしくはL i C l 型結晶構造を有する下地層を有する基板を5 0 0℃に加熱して、L 1 0 規則合金膜を積層することが報告されている（特許文献1 参照）。また、ミラー指数（1 0 0）の結晶面が基板と平行である下地層上に、A r ガス圧およびターゲット基板間距離を特定の範囲内に規定したスパッタ法を用いることによって、4 0 0～5 0 0℃の基板温度を用いることによりL 1 0 規則合金（F e P t）膜を形成する方法が報告されている（特許文献2 参照）。

#### 【0 0 0 7】

さらに、F e P t 膜にM g Oを添加するといった、規則合金膜への金属元素添加により、規則化温度の低減を図ることが報告されている（特許文献3 参照）。これらの金属元素添加により、規則化温度は4 0 0℃近傍にまで低減されたが、磁気異方性エネルギーK u 値の低下を招くという問題がある。今後は、このK u 値の低下を抑制しながら、規則合金の合成温度の低減が課題であり、現在盛んに検討が行われている。

#### 【0 0 0 8】

##### 【特許文献1】

特開 2 0 0 1 - 1 8 9 0 1 0 号公報

#### 【0 0 0 9】

##### 【特許文献2】

特開平 1 1 - 3 5 3 6 4 8 号公報

#### 【0 0 1 0】

##### 【特許文献3】

特開 2 0 0 2 - 1 2 3 9 2 0 号公報

#### 【0 0 1 1】



**【発明が解決しようとする課題】**

磁気記録媒体の高密度化のために 3 nm から 1 5 nm の膜厚を有する磁気記録層用材料が求められる現状において、熱安定性向上および低ノイズ化の両立に必要な高い磁気異方性エネルギー  $K_u$  を有する L 1 0 型規則合金を、より低温にて形成する方法が強く求められている。より詳細には、高温熱処理による基板材料の制約を排除し、粒間相互作用の増大を抑制するために、より低温（たとえば 4 0 0 °C 以下）において L 1 0 型規則合金の規則化を可能とする方法を提供することが強く求められている。

**【0 0 1 2】****【課題を解決するための手段】**

我々は、鋭意検討した結果、C o（もしくは F e）と P t とを、単原子層膜厚（C o = 約 1. 7 7 Å、F e = 約 1. 4 3 Å、P t = 約 1. 9 6 Å）でスパッタ法により交互に積層させることで、上述の規則化合金の規則化温度の低減という問題を解決することができた。より詳細には、低温域においても原子拡散による準安定 f c c 構造から L 1 0 型規則 f c t 構造への変換が促進され、磁気特性を著しく劣化させることなしに規則化温度を大幅に低下させることができた。すなわち、従来は 6 0 0 °C 以上の温度処理が必要であったが、本発明の方法を用いることによって、室温から 4 0 0 °C の温度においての規則化が可能となる。

**【0 0 1 3】**

これにより、高温熱処理による結晶粒の肥大化を抑制し、かつ規則化温度を 4 0 0 °C 以下とすることが可能となるので、本発明の磁気記録媒体およびその製造方法は、基板材料の制約も受けない。さらに、本発明の磁気記録媒体の製造方法は、量産化において問題のない低温にて実施することが可能である。また、非磁性基体と非磁性下地層の間に、優先結晶配向面が（1 0 0）面となる非磁性シード層を付与させると、さらなる効果がある。その非磁性シード層としては、N a C l 型構造を有する M g O、N i O、T i O、または T i の炭化物もしくは窒化物等が挙げられる。

**【0 0 1 4】****【発明の実施の形態】**

以下、本発明の好ましい形態について説明する。図 1 は本発明の垂直磁気記録媒体の断面模式図である。図 1 (a) は本発明の垂直磁気記録媒体の断面図であり、非磁性基体 1 上に非磁性シード層 2、非磁性下地層 3、磁気記録層 4 および保護膜 5 が順次形成された構造を有しており、さらにその上に液体潤滑層 6 が形成されている。

#### 【0 0 1 5】

また図 1 (b) は、本発明の最大の特徴である Co (Fe) と Pt とをそれぞれ 1 単原子層膜厚ずつ積層させた磁気記録層 4 の積層方法を説明するための断面図である。図 1 (b) においては、1 つの例として各 4 層ずつを積層した磁気記録層 4 を示したが、所望される磁気記録層の膜厚は、積層数を適宜変更してコントロールすることができる。

#### 【0 0 1 6】

非磁性基体 1 としては、通常の磁気記録媒体に用いられる、NiP メッキを施した Al 合金や強化ガラス、結晶化ガラスをはじめ、表面酸化 Si ウェハ、熔融石英基体等を用いることができるほか、ポリカーボネート、ポリオレフィンやその他のプラスチック樹脂を射出成形することで作製したプラスチック樹脂基体も用いることができる。

#### 【0 0 1 7】

非磁性シード層 2 は、結晶格子面のミラー指数 (1 0 0) が基板と平行になる (すなわち優先結晶配向面が (1 0 0) 面である) ように制御された MgO, NiO, TiO または、Ti の炭化物もしくは窒化物からなる。これらの材料は、通常の条件で積層することによって (1 0 0) 面が優先結晶配向面となる材料であるが、さらに膜厚あるいは成膜プロセス (成膜圧力など) を最適化することによって (1 0 0) 配向性を向上させることが可能である。この非磁性シード層 2 上に、本発明における層構造、即ち非磁性下地層 3 と磁気記録層 4 を順次形成することにより、磁気記録層 4 中の L10 形規則合金相の結晶格子面のミラー指数 (0 0 1) を他の隣接層および基板と平行になるように制御することができる。これら非磁性シード層 2 は、その材料によって最適膜厚が異なるが、3 nm 以上 15 nm 以下であることが大変望ましい。非磁性シード層 2 は、蒸着、スパッタ

、イオンプレーティング、レーザアブレーション、またはイオンビーム蒸着などの当該技術において慣用の方法により積層することができる。

#### 【0018】

次に非磁性下地層 3 は、主に磁気記録層の結晶配向や結晶粒径等の制御の目的で使用される。したがって、磁気記録層の規則合金膜における所望の配向面にあった適切な材料および構造の膜であればよい。例えば f c c 構造を有する A g, A l, A u, C u, I r, N i, P t, P d のうち少なくとも 1 種を含む金属または合金、あるいは b c c 構造を有する C r または C r 合金等を適宜用いることができる。これらの金属または合金を用いることにより、非磁性下地層 3 の表面は (200) 面となり、その上に積層される磁気記録層 4 の L10 型規則合金の優先結晶配向面を (001) 面とすることが可能となる。また、磁気記録層 4 の L10 型規則合金の結晶粒径を 5 nm 以下に制御するためには、非磁性下地層と磁気記録層の膜厚および成膜プロセスの最適化が必要となり、それは非磁性下地層の薄膜化のような手段により達成することができる。非磁性下地層の膜厚は特に制限されるものではないが、磁気記録層の構造制御のためには、一般に 5 nm 程度以上 50 nm 程度以下であることが望ましい。非磁性下地層 3 は、蒸着、スパッタ、イオンプレーティング、レーザアブレーション、またはイオンビーム蒸着などの当該技術において慣用の方法により積層することができる。

#### 【0019】

磁気記録層 4 は、C o (もしくは F e) 層と P t 層とを、単原子層膜厚 (C o = 約 1.77 Å、F e = 約 1.43 Å、P t = 約 1.96 Å) に相当する膜厚にて交互に積層することにより形成される。磁気記録層 4 の形成には、蒸着、スパッタ、イオンプレーティング、レーザアブレーション、またはイオンビーム蒸着などを用いることができ、特に好ましくは、DC マグネトロンスパッタ法を用いることができる。これら別個の元素を 1 チャンバー内で交互に積層する手法としては、たとえばそれら元素からなるロータリーカソードを用いるスパッタ法を挙げることができる。該方法により好適に所望の積層膜を形成することができる。

#### 【0020】

C o 層を積層する場合、1 回の積層膜厚は 0.1 nm 以上 0.3 nm 以下、好

ましくは0.18 nm以上0.20 nm以下であるべきである。同様に、Fe層を積層する場合、1回の積層膜厚は0.1 nm以上0.3 nm以下、好ましくは0.14 nm以上0.16 nm以下であるべきである。一方、Pt層を積層する場合、1回の積層膜厚は0.19 nm以上0.35 nm以下、好ましくは0.19 nm以上0.21 nm以下であるべきである。磁気記録層4の全膜厚は、それら元素の積層回数にて適宜コントロールすることができる。磁気記録層4の全膜厚は3 nm以上15 nm以下、好ましくは3 nm以上5 nm以下である。

#### 【0021】

磁気記録層4として成膜したCoPtまたはFePt合金の規則化は、成膜時の非磁性基体の加熱、あるいは積層後もしくは後述する保護膜および液体潤滑層の形成後の加熱処理によって達成することができる。成膜時の加熱により規則化を行う場合には、磁気記録媒体の既に形成されている他の層に悪影響を及ぼさないことを条件として、任意の非磁性基体温度において成膜および規則化を実施することができる。用いることができる非磁性基体温度は、400℃以下、好ましくは200℃以上400℃以下、より好ましくは300℃以上400℃以下である。あるいはまた、非磁性基体としてNiPメッキを施したAl基板を用いる場合、NiPの結晶化を防止するために、300℃以下、好ましくは200℃以上300℃以下、より好ましくは250℃以上300℃以下の非磁性基体温度を用いることが好ましい。上記のような非磁性基体温度において成膜を行うことによって、十分に規則化されたL10型規則合金層を形成することができる。積層後もしくは後述する保護膜および液体潤滑層の形成後の加熱処理によって規則化を行う場合には、たとえば200℃以下のような任意の非磁性基体温度において成膜を実施してもよい。

#### 【0022】

積層後あるいは後述する保護膜および液体潤滑層の形成後に、CoPtまたはFePt合金の規則化を行う場合には、400℃以下、好ましくは200℃以上400℃以下、より好ましくは300℃以上400℃以下の温度において、0.5～2時間、好ましくは0.5～1時間にわたって加熱処理を実施する。この加熱処理により、非磁性基体を加熱せずに成膜された磁気記録層を、十分に規則化

された L 1 0 型規則合金層とすることができる。なお、非磁性基体として N i P メッキを施した A l 基板を用いる場合、N i P の結晶化を防止するために、この加熱処理を 3 0 0 °C 以下、好ましくは 2 0 0 °C 以上 3 0 0 °C 以下、より好ましくは 2 5 0 °C 以上 3 0 0 °C 以下の温度にて実施してもよい。

### 【0023】

加熱処理によって得られる C o P t 規則合金は、 $7 \times 10^5 \text{ J/m}^3$  以上  $3 \times 10^6 \text{ J/m}^3$  以下 ( $7 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3$  以上  $3 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$  以下)、好ましくは  $1 \times 10^6 \text{ J/m}^3$  以上  $3 \times 10^6 \text{ J/m}^3$  以下 ( $1 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$  以上  $3 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$  以下) の垂直磁気異方性エネルギー K u を示す。一方、加熱処理によって得られる F e P t 規則合金は、 $7 \times 10^5 \text{ J/m}^3$  以上  $7 \times 10^6 \text{ J/m}^3$  以下 ( $7 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3$  以上  $7 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$  以下)、好ましくは  $1 \times 10^6 \text{ J/m}^3$  以上  $7 \times 10^6 \text{ J/m}^3$  以下 ( $1 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$  以上  $7 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$  以下) の垂直磁気異方性エネルギー K u を示す。このように高い K u 値を有することによって、薄膜化および結晶粒子の微細化によって各粒子の体積が微小化した際にも、磁気記録層 4 は高い熱安定性を維持し、かつノイズの少ない記録を行うことが可能となる。

### 【0024】

磁気記録層 4 を構成する結晶粒子の構造および規則化の程度は、一般的な X 線回折装置で確認することができる。f c t - (0 0 1)、(0 0 2)、(0 0 3) 面を表すピークがそれぞれ観察できれば、f c t 構造が存在し、かつ c 軸が膜面に垂直に配向しているといえる。f c t - (0 0 1)、(0 0 2)、(0 0 3) 面を表すピークの強度は、具体的にはバックグラウンドレベルに対して有意なピークとして観察される強度であればよい。また、面内配向を示す f c t - (1 1 1) のピークが観察されても、f c t - (0 0 1)、(0 0 2)、(0 0 3) 面を表すピークがより大きな強度で観察できれば、c 軸が膜面に垂直に配向しているといえる。合金の結晶粒子が完全に無規則である場合、f c t - (0 0 1) のピーク強度 I (0 0 1) と、f c t - (1 1 1) のピーク強度 I (1 1 1) との比  $I (0 0 1) / I (1 1 1)$  の値は、0.3 程度となる。本発明において、

$I(001)/I(111)$  の値は 1.0 以上であれば、結晶粒子の  $c$  軸が膜面に垂直に配向しているとみなされる。より好ましくは  $I(001)/I(111)$  の値は 1.0 以上である。

#### 【0025】

保護膜 5 は、たとえばダイヤモンドライクカーボン (DLC) のような、カーボンを主体とする薄膜が用いられる。シリコンカーバイド (SiC)、酸化ジルコニウム ( $ZrO_2$ ) またはカーボンナイトライド (CN) のような、磁気記録媒体の保護膜として一般的に用いられる様々な薄膜材料を使用しても良い。保護膜 5 は、蒸着、スパッタ、イオンプレーティング、レーザアブレーション、CVD またはイオンビーム蒸着などの当該技術において慣用の方法により積層することができる。保護膜 5 は、好ましくは 1 から 5 nm、より好ましくは 2 から 4 nm の厚さを有する。

#### 【0026】

液体潤滑層 6 は、フルオロカーボン系潤滑剤、たとえばパーフルオロポリエーテル系潤滑剤を用いて形成することができる。その他、磁気記録媒体の液体潤滑層材料として一般的に用いられる様々な潤滑材料を使用しても良い。液体潤滑層 6 は、ディップコート、吹付、スピコート、ナイフコートなどの当該技術において慣用の方法により積層することができる。液体潤滑層 6 は、0.5 から 5 nm、好ましくは 1 から 2 nm の厚さを有する。

#### 【0027】

##### 【実施例】

##### [実施例 1]

非磁性基体として直径 2.5 インチの強化ガラスディスク基板を用いた。これを洗浄後スパッタリング装置内に導入し、Ar ガス圧 0.67 Pa (5 mTorr) 下で MgO をターゲットとして用いる RF スパッタリングにより、膜厚 5 nm の非磁性シード層を形成した。続いて Pt からなる、Ar ガス圧 0.67 Pa (5 mTorr) 下で Pt をターゲットとする DC スパッタリングにより、膜厚 20 nm の非磁性下地層を形成した。その後、Ar ガス圧 2 Pa (15 mTorr) 下の DC マグネトロンスパッタ装置中で、Co ターゲットと Pt ターゲット

とを交互に用いて、ターゲット電位 400 V、RF 出力 200 W、ターゲット基板間距離 8 cm において、それぞれ膜厚 0.177 nm の Co 層および膜厚 0.196 nm の Pt 層を交互に積層して、磁気記録層 4 を形成した。

#### 【0028】

ここで、積層回数を調整することにより、磁気記録層膜厚  $\delta$  を  $\delta = 5$  nm から 30 nm まで変更した媒体を作製した。一方、同様の手法により、それぞれ膜厚 0.143 nm の Fe 層および膜厚 0.196 nm の Pt 層を交互に積層して、FePt 規則合金からなる磁気記録層を有する磁気記録媒体を形成した。

#### 【0029】

その後、Ar ガス圧 0.67 Pa (5 mTorr) 下でカーボンターゲットとして用いる DC スパッタリングにより、膜厚 5 nm のカーボン保護膜を形成した。最後に、パーフルオロポリエーテル系潤滑剤をディップコートして膜厚 5 nm の液体潤滑層を形成した。全ての層を形成した後に、基板温度が 300 °C となる条件で 1 時間保持し、熱処理を行った。

#### 【0030】

第 1 表は、このように作製した CoPt 及び FePt 規則合金媒体の、薄膜 X 線回折装置によって測定した、 $fct - (001)$  回折ピークと  $fct - (111)$  回折ピークとの強度比 ( $I(001) / I(111)$ ) の磁気記録層膜厚依存性である。第 1 表から分かるように、記録層膜厚が増大するに従ってピーク強度比すなわち規則化の程度も増大する傾向にある。これは、記録層膜厚が増大するに従って結晶性が向上しているためと考えられる。本実施例の磁気記録層膜厚のそれぞれにおけるピーク強度比は、ほぼ 100 近傍にあり、加熱処理温度が 300 °C においても十分な規則化を達成できることが分かった。以上のことから、単原子層膜厚に相当する膜厚で構成原子を交互に積層することによって、L10 型規則合金の規則化温度を著しく低減できたといえる。

#### 【0031】

【表 1】

第 1 表：I(001)/I(111)の磁気記録層膜厚依存性

材料	記録層膜厚			
	5	10	15	20
C o P t	73	79	105	111
F e P t	88	92	118	119

## 【0032】

図 2 は、本実施例の C o P t 規則合金媒体における保磁力  $H_c$  および垂直磁気異方性エネルギー  $K_u$  の磁気記録層膜厚依存性を示すグラフである。 $H_c$  は試料振動型磁力計 (VSM) によって測定し、 $K_u$  値は磁気トルクメーターにより測定した。この図を見ると、ピーク強度比の変化と同様に、膜厚が増大するに従って  $H_c$  および  $K_u$  値ともに増加しており、特に薄い膜厚 5 nm の媒体においても  $H_c = 370 \text{ kA/m}$  ( $4.6 \text{ kOe}$ )、 $K_u = 7.8 \times 10^5 \text{ J/m}^3$  ( $7.8 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ ) と非常に大きな値を得るに至った。

## 【0033】

## [実施例 2]

磁気記録層の膜厚を 10 nm に固定し、全層形成後の加熱処理温度  $T_s$  を室温 (加熱処理をしない、すなわち *as-deposited*) から  $500^\circ\text{C}$  まで変更した以外は、実施例 1 と同様にして、垂直磁気記録媒体を作製した。

## 【0034】

第 2 表に、このように作製した C o P t 及び F e P t 規則合金媒体の  $I(001)/I(111)$  の加熱処理温度依存性を示した。なお、加熱処理時間は、実施例 1 と同様に 1 時間とした。第 2 表から分かるように、C o P t および F e P t のいずれを用いた場合にも、加熱処理温度の上昇に伴い規則化の度合いも増大し、 $400^\circ\text{C}$  では、ほとんど *fc*  $t-(111)$  のピークが確認できなくなった。

## 【0035】



【表 2】

第 2 表：I(001)/I(111)の加熱処理温度依存性

T s (°C)	C o P t	F e P t
25	2	3
100	4	5
200	15	21
300	98	115
400	>>1000	>>1000

## 【0036】

また、室温（第 2 表中の 25℃、as-deposited）においても、fcc-（001）ピークが確認できたと同時に、ピーク強度比  $I(001)/I(111)$  は、あまり大きくないものの、ランダム配向時のピーク強度比 0.3 よりも大きく（001）面が優先配向しているといえる。結晶性があまり良くないことと、膜全面が均一に規則化していないことから、ピーク強度比が小さいと考えられるが、シード層および下地層の配向を完全に制御することと、記録層におけるプロセスの最適化等により、加熱処理温度が 200℃以下でも十分に規則化がなされることが考えられる。

## 【0037】

図 3 は、本実施例の磁気記録媒体における垂直磁気異方性  $K_u$  および保磁力  $H_c$  の加熱処理温度依存性を示すグラフである。ピーク強度比の変化と同様に、加熱処理温度が上昇するに従って、 $H_c$  および  $K_u$  値ともに増加しており、特に室温（as-deposited）においても  $H_c = 250 \text{ kA/m}$ （3.2 kOe）、 $K_u = 6.9 \times 10^5 \text{ J/m}^3$ （ $6.9 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ ）と非常に大きな値を得るに至った。

## 【0038】

図 4 は、本実施例の C o P t および F e P t 規則合金を用いた磁気記録媒体の、 $K_u$  値の加熱処理温度依存性を比較したグラフである。図 4 から分かるように、ともに室温（as-deposited）にて大きな  $K_u$  値を有していること

がわかる。また、高温熱処理領域で、C o P t および F e P t 規則合金媒体の K u 値が大きく異なるのは、C o P t 規則合金では K u 値がバルクで  $3.0 \times 10^6 \text{ J/m}^3$  ( $3.0 \times 10^7 \text{ erg/cc}$ )、一方 F e P t 規則合金では同バルクにて  $7.0 \times 10^6 \text{ J/m}^3$  ( $7.0 \times 10^7 \text{ erg/cc}$ ) であり、F e P t 規則合金の方が垂直磁気異方性が大きいことによるためである。

### 【0039】

#### 【実施例3】

磁気記録媒体を形成する全ての層の形成後に熱処理を行う代りに、記録層の成膜時にヒーターを用いて非磁性基体を  $300^\circ\text{C}$  に加熱したことを除いて実施例1と同様にして、C o P t 規則合金からなる膜厚  $10 \text{ nm}$  の磁気記録層を有する磁気記録媒体を形成した。また、同様の手法により、F r P t 規則合金からなる膜厚  $10 \text{ nm}$  の磁気記録層を有する磁気記録媒体を形成した。

### 【0040】

上記のように作製した C o P t 及び F e P t 規則合金媒体と、全ての層の形成後に1時間にわたって  $300^\circ\text{C}$  の加熱処理を行った媒体との特性を比較した。結果を第3表に示す。

### 【0041】

#### 【表3】

第3表：成膜時加熱と成膜後加熱処理との比較

磁気記録層 材料	成膜時加熱（実施例3）		成膜後加熱（実施例1）	
	I(001)/I(111)	K u ( $\times 10^6 \text{ J/m}^3$ )	I(001)/I(111)	K u ( $\times 10^6 \text{ J/m}^3$ )
C o P t	73	0.89	79	0.91
F e P t	84	1.12	92	1.42

### 【0042】

磁気記録層形成時の非磁性基体加熱により規則化を行った本実施例の媒体の特性は、C o P t および F e P t いずれの規則合金においても、後加熱処理を行った実施例1の媒体のピーク強度比および磁気異方性値 K u に関して、若干の数値

の低下は見られるものの、大きな劣化は見られなかった。以上の結果から、後加熱処理を用いることなく成膜時の加熱を用いることにより、特性の優れたC o P t およびF e P t 規則合金の磁気記録層が得られることが明らかとなった。本実施例の方法は、磁気記録媒体の量産化において特に有用である。

#### 【0043】

##### 【発明の効果】

以上のように、本発明の規則化合金の積層手法を用いることで、C o P t もしくはF e P t 等の規則化温度は、従来のC o P t あるいはF e P t 合金ターゲット使用のスパッタ法、あるいはC o （もしくはF e）とP t との同時スパッタによるco-sputter法に比べ、大きく低減することができた。このことから、基板材料の制約を無くし、熱プロセスによる粒成長（粒間相互作用の増大）を抑制することができる。

#### 【0044】

また、本発明を用いて、300℃の熱処理を行えば、例えば磁気記録層が5 nmと非常に薄い場合であっても、保磁力H c および垂直磁気異方性K u 値が、従来の垂直媒体に用いられているC o C r P t 系磁性層垂直媒体よりも遥かに大きい値が得られる。したがって、今後より高記録密度化に向けて必要不可欠となる、記録層の薄膜化および高K u 値の確保を十分に満たすことができる。さらに、後加熱処理ではなく量産化などに有利な記録層成膜時の加熱を用いることによっても、優れた特性を有する磁気記録媒体を得ることができる。

##### 【図面の簡単な説明】

#### 【図1】

本発明による磁気記録媒体の構成を示す模式断面図である。（a）は磁気記録媒体の模式断面図であり、（b）は磁気記録層の積層構造を示す模式断面図である。

#### 【図2】

各層形成後にT s = 300℃、1時間の熱処理を施した媒体における、垂直磁気異方性エネルギーK u および保磁力H c の磁気記録層膜厚依存性を示すグラフである。

## 【図 3】

磁気記録層膜厚を  $\delta = 10 \text{ nm}$  に固定した媒体における、垂直磁気異方性エネルギー  $K_u$  および保磁力  $H_c$  の熱処理温度依存性を示すグラフである。

## 【図 4】

それぞれの磁気記録層膜厚を  $\delta = 10 \text{ nm}$  に固定した媒体における、C o P t 規則合金媒体および F e P t 規則合金媒体における垂直磁気異方性エネルギー  $K_u$  の熱処理温度依存性の比較を示すグラフである。

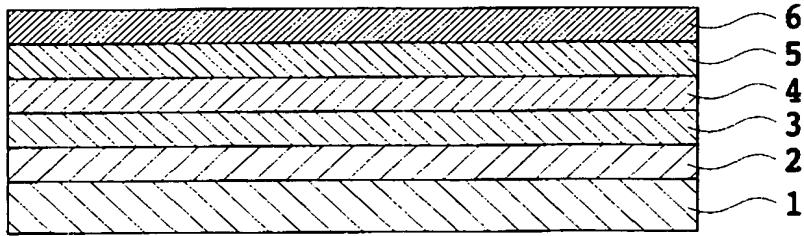
## 【符号の説明】

- 1 非磁性基体
- 2 非磁性シード層
- 3 非磁性下地層
- 4 磁気記録層
- 5 保護膜
- 6 液体潤滑層
- 1 1 C r (または F e) 層
- 1 2 P t 層

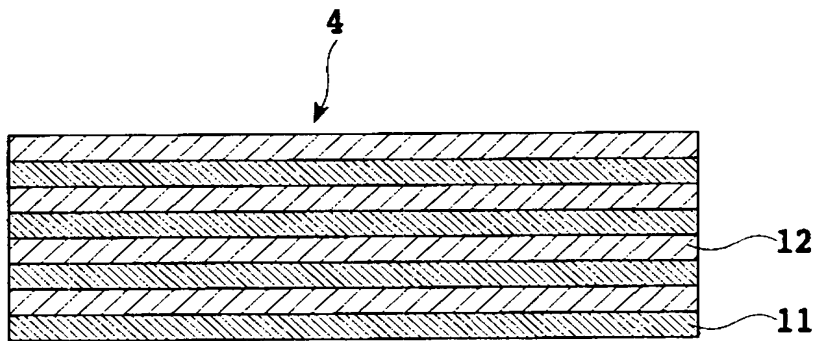
【書類名】

図面

【図 1】

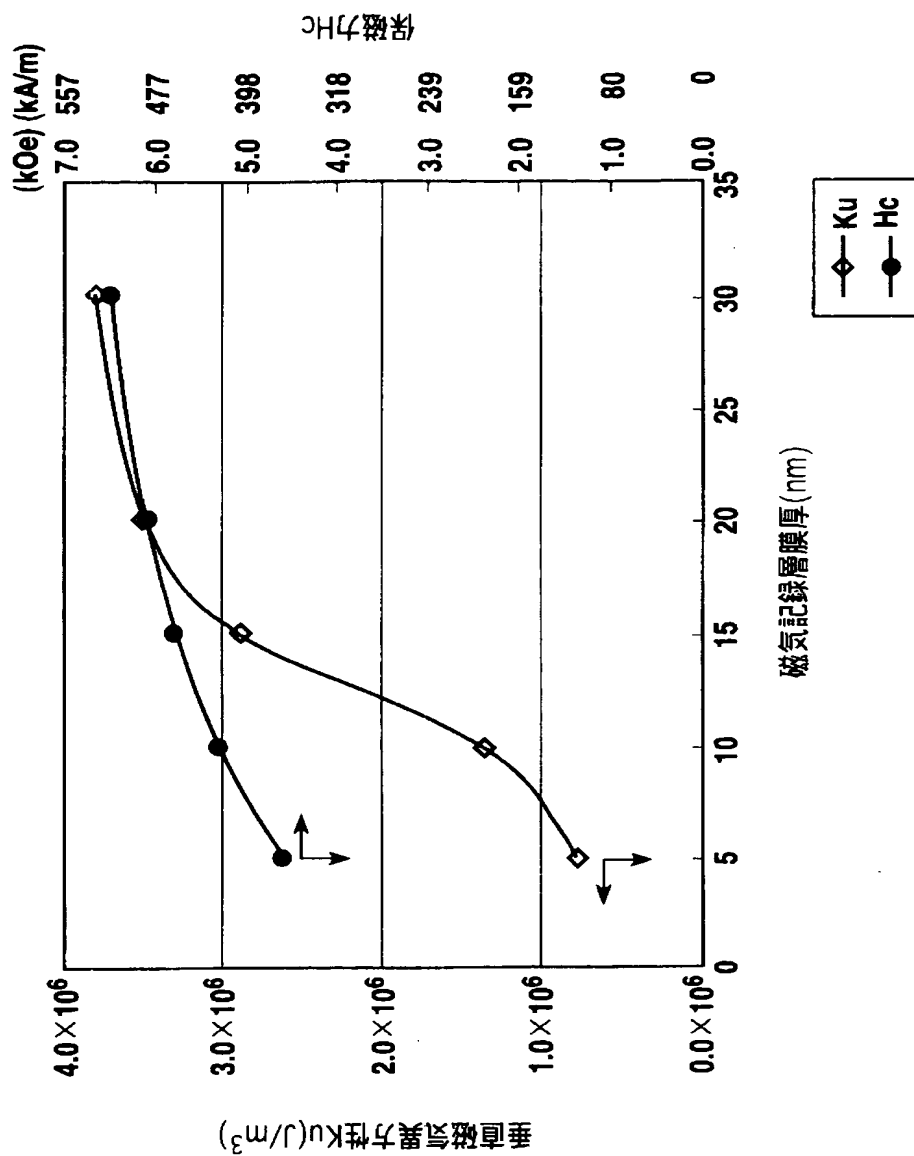


(a)

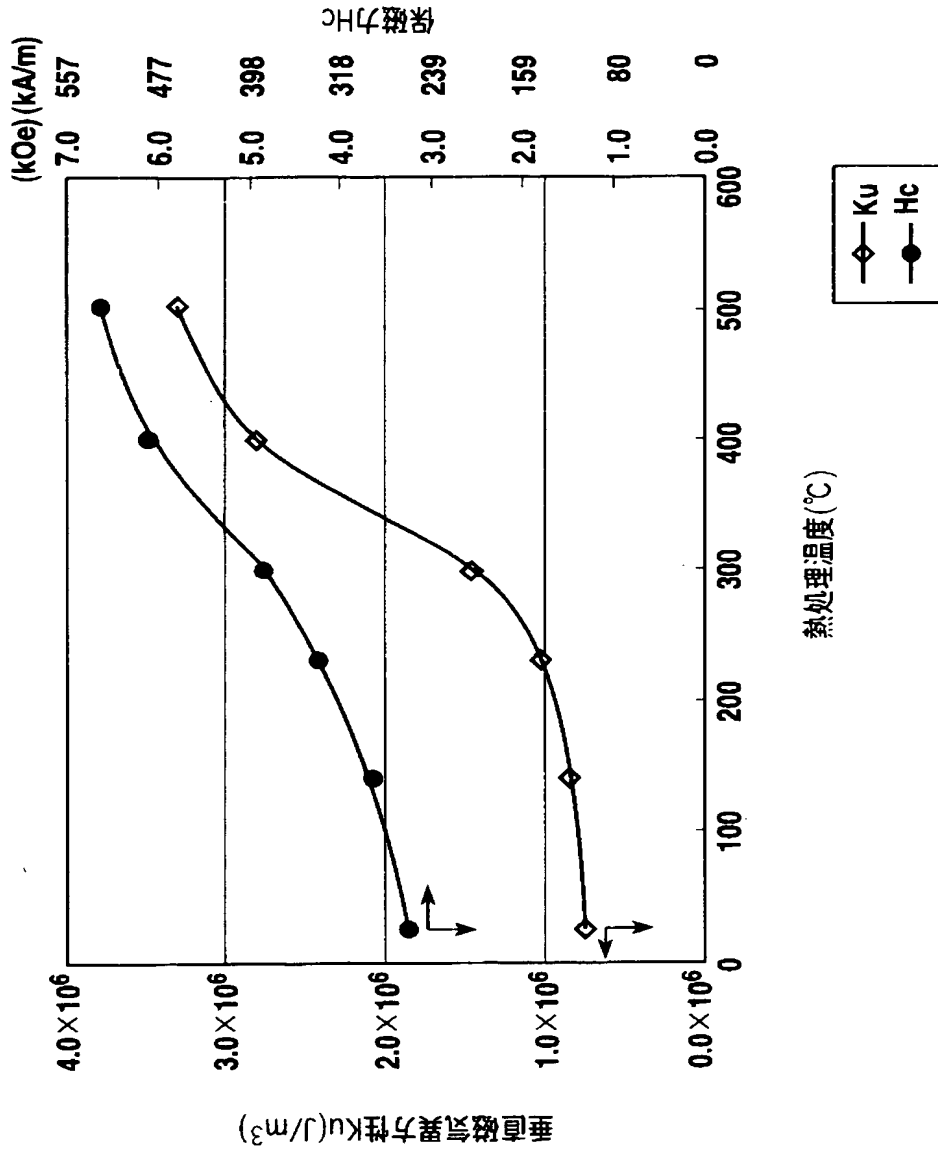


(b)

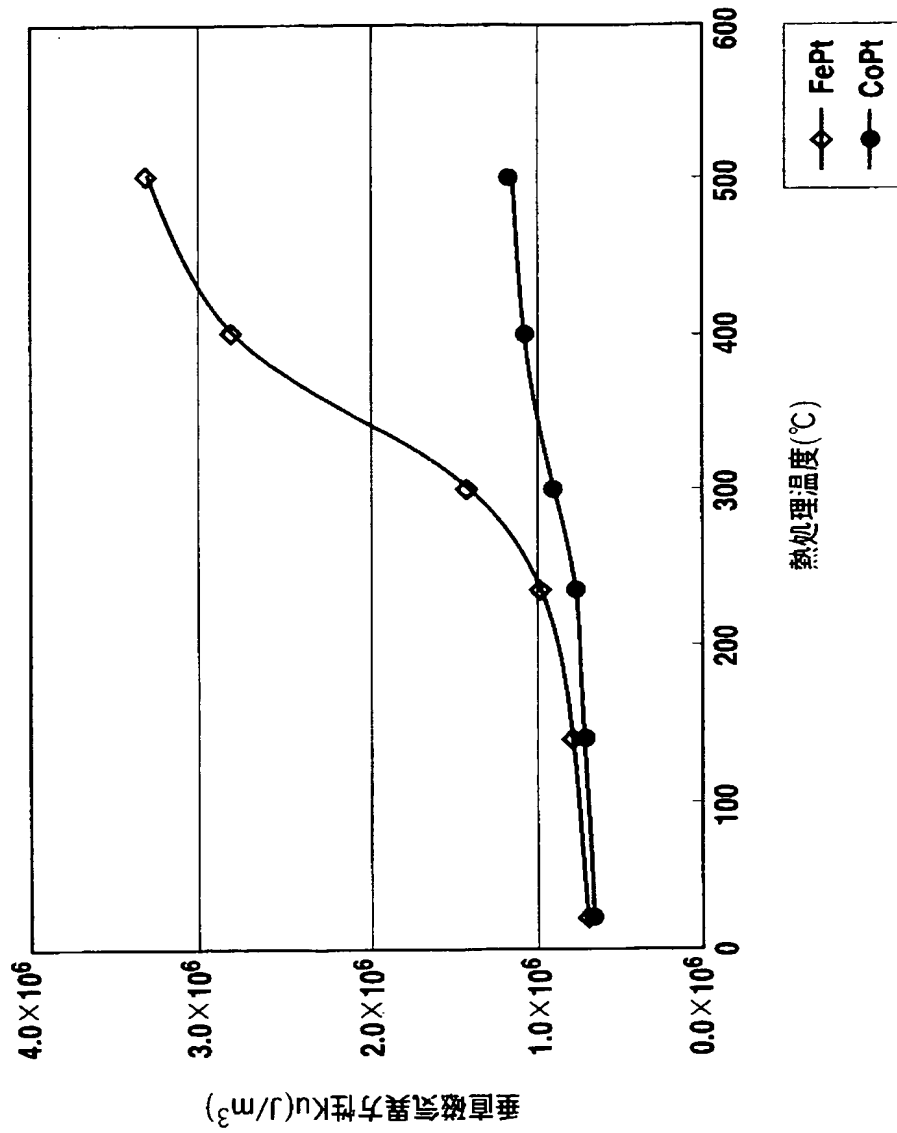
【図 2】



【図 3】



【図 4】





【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 熱安定性向上および低ノイズ化の両立に必要な高い磁気異方性エネルギー  $K_u$  を有する L 1 0 型規則合金からなる磁気記録層を有する磁気記録媒体を、より低温にて形成する方法の提供。

【解決手段】 非磁性基体上に少なくとも非磁性下地層、磁気記録層、保護膜、液体潤滑層が順次形成されてなる垂直磁気記録媒体において、前記磁気記録層が、0.1 nm 以上 0.3 nm 以下の膜厚の Fe または Co と、0.2 nm 以上 0.35 nm 以下の膜厚の Pt とを交互に積層することにより形成されており、L 1 0 型規則構造である領域を含む Fe Pt または Co Pt を主体とする合金からなることを特徴とする垂直磁気記録媒体。

【選択図】 図 1

【書類名】 出願人名義変更届（一般承継）  
【整理番号】 02P01546  
【提出日】 平成15年11月 7日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【事件の表示】  
    【出願番号】 特願2002-370559  
【承継人】  
    【識別番号】 503361248  
    【氏名又は名称】 富士電機デバイステクノロジー株式会社  
【承継人代理人】  
    【識別番号】 100088339  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 篠部 正治  
    【電話番号】 03-5435-7241  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 権利の承継を証明する書面 1  
    【援用の表示】 特願 2 0 0 3 - 3 2 5 9 4 9 の出願人名義変更届（一般承継）に  
                    添付した会社分割承継証明書  
    【物件名】 承継人であることを証明する書面 1  
    【援用の表示】 特願 2 0 0 2 - 2 9 8 0 6 8 の出願人名義変更届（一般承継）に  
                    添付した登記簿謄本  
    【包括委任状番号】 0315472

特願 2 0 0 2 - 3 7 0 5 5 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 5 2 3 4 ]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 9 月 5 日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号  
氏 名 富士電機株式会社
2. 変更年月日 2 0 0 3 年 1 0 月 2 日  
[変更理由] 名称変更  
住 所 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号  
氏 名 富士電機ホールディングス株式会社

特願 2 0 0 2 - 3 7 0 5 5 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 5 0 3 3 6 1 2 4 8 ]

1. 変更年月日	2 0 0 3 年 1 0 月 2 日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都品川区大崎一丁目 1 1 番 2 号
氏 名	富士電機デバイステクノロジー株式会社